

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑭ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57-147033

⑮ Int. Cl.<sup>3</sup>  
G 01 N 3/40

識別記号

庁内整理番号  
6539-2G

⑯ 公開 昭和57年(1982)9月10日

発明の数 2  
審査請求 有

(全 6 頁)

## ⑭ 粒体の硬度測定装置

⑮ 特 願 昭56-32818  
 ⑯ 出 願 昭56(1981)3月6日  
 ⑰ 発 明 者 広瀬義信  
 大阪市生野区巽西1丁目8番1  
 号ロート製薬株式会社内  
 ⑱ 発 明 者 吉田昭義  
 大阪市生野区巽西1丁目8番1

号ロート製薬株式会社内  
 ⑲ 発 明 者 村田康治  
 大阪市生野区巽西1丁目8番1  
 号ロート製薬株式会社内  
 ⑳ 出 願 人 ロート製薬株式会社  
 大阪市生野区巽西1丁目8番1  
 号  
 ㉑ 代 理 人 弁理士 河野登夫

## 明 細 書

1. 発明の名称 粒体の硬度測定装置

2. 特許請求の範囲

1. 粒体を挟んで圧潰すべく、接近、離隔可能に  
 対設された一対の挟圧部材と、一方の挟圧  
 部材に連結された荷重計と、他方の挟圧部材  
 に連結され、該他方の挟圧部材を前記一方の  
 挟圧部材に対して接近、離隔させるべく移動  
 させる駆動手段とを具備することを特徴とする  
 粒体の硬度測定装置。

2. 前記駆動手段は気圧アクチュエータを含む  
 特許請求の範囲第1項記載の粒体の硬度測定  
 装置。

3. 前記気圧アクチュエータは、圧気を供給し  
 得べく構成した筒体内に前記他方の挟圧部材  
 に連結した杆体を遊嵌し、筒体と杆体との間  
 に筒体内の気圧の変化にて杆体を筒体軸長方  
 向に変位せしめ得るべくダイヤフラムを介装  
 した特許請求の範囲第2項記載の粒体の硬度  
 測定装置。

4. 前記駆動手段は、気圧アクチュエータと、  
 可撓性を有するサイホンにて連通連結した2  
 つの液体収容容器と、一方の液体収容容器に  
 これを上下動させるべく連装した調速可能な  
 モータとを備え、他方の液体収容容器の上部  
 には液体非収容空間を設けて、該空間を気圧  
 アクチュエータに連通連結してなる特許請求  
 の範囲第1項又は第2項記載の粒体の硬度測  
 定装置。

5. 粒体を挟んで圧潰すべく、接近、離隔可能  
 に対設された一対の挟圧部材と、該挟圧部材  
 間の離隔寸法を測定する測長手段と、一方の  
 挟圧部材に連結された荷重計と、他方の挟圧  
 部材に連結され、該他方の挟圧部材を前記一  
 方の挟圧部材に対して接近、離隔させるべく  
 移動させる駆動手段と、前記測長手段及び荷  
 重計の測定結果を関連づけて表示する手段と  
 を具備することを特徴とする粒体の硬度測定  
 装置。

6. 前記駆動手段は気圧アクチュエータを含む

特許請求の範囲第5項記載の粒体の硬度測定装置。

7. 前記気圧アクチュエータは、圧気を供給し得べく構成した筒体内に、前記他方の挟圧部材に連結した杆体を遊嵌し、筒体と杆体との間に筒体内の気圧の変化にて杆体を筒体軸長方向に変位せしめ得るべくダイヤフラムを介装した特許請求の範囲第6項記載の粒体の硬度測定装置。

8. 前記駆動手段は、気圧アクチュエータと、可換性を有するサイホンにて連通連結した2つの液体収容容器と、一方の液体収容容器にこれを上下動させるべく連装した逆送可能なモータとを備え、他方の液体収容容器の上部には液体非収容空間を設けて、該空間を気圧アクチュエータに連通連結してなる特許請求の範囲第6項又は第7項記載の粒体の硬度測定装置。

### 3. 発明の詳細な説明

本発明は粒体の硬度を測定する装置に関し、特

に顆粒状、細粒状の薬剤を圧潰することによりその硬度を直接的に測定することを可能とする装置を提案するものである。

顆粒状、細粒状の薬剤の硬度を測定することはその物性を評価する上で極めて重要であるが、従来その測定はこれらの粒体をボールミル内へ収納してこれを回転させ、その磨損度を測定する等の間接的な方法によつていたが、このような方法では粒体個々の硬度そのものを直接的に知ることは不可能であり、また清沢剤等、他剤との混合系の場合には良好な測定が困難である等の問題点があり、粒体一粒ごとの硬度を測定し得る装置の開発が待たれていた。

本発明は斯かる事情に鑑みてなされたものであつて、粒体を挟圧して圧潰させることにより粒体個々の本質的な硬度を検知できるようにした粒体の硬度測定装置を提供することを目的とし、以下に本発明をその実施例を示す図面に基いて詳述する。

第1図は本発明に係る粒体の硬度測定装置の全

体的構成を示す模式図である。図において1は測定試料となる顆粒10を収容すべき台皿部1a及びこれに連結されて、台皿部1aに加わる荷重を計量するよう連結された荷重計部1bからなる秤量器であり基台2上に載置されている。この秤量器1としては少くとも荷重測定値(又は秤量値)を示す表示部1c又は荷重測定値に応じたアナログ電気信号を出力する端子1dを備えたもの(実施例のものは双方を備えている)を用い、特に表示部1cだけのものを用いる場合はピーク値保持が可能なるものを用いるのがよい。またこの秤量器1としては、台皿部1aに連結された差動トランス等の変位検出手段とこの検出手段の出力に基き、その変位、従つてまた台皿部1aの変位を零とすべく台皿部1aに連なる部分に駆動力を与える電磁アクチュエータとを備え、この電磁アクチュエータへの供給電流に関連する値を荷重情報として表示、出力する構成とした所謂動電平衡型のものが望ましい。ただし、硬度測定中の顆粒10を観察するために秤量器1の下方に透視鏡3が配

置されるが、秤量器1が上述の如く台皿部1aの位置がこれに加わる荷重に拘らず定位位置に在る構成のものである場合は顕微鏡3の視野を試験の進行に併せて変更調整する煩しさから解放されるからである。出力端子1dはX-Yレコーダ4のX入力端子4xに接続されている。

5は台皿部1aの中央部上方に、該台皿部1aと正対配置した加圧子であつて円柱の下端に下向きの円錐台を連設した形態を有し、加圧子5は取付板5aの下面に懸着されており、取付板5aの上面には後述する駆動杆6aとの連結のためのスリーブ5bが固着されている。加圧子5は駆動杆6aの上下動に従つて実質的に不動の台皿部1aに対して離隔、接近し、加圧子5と台皿部1aとの間の顆粒10を、加圧子5の接近により両者間で挟んでこれを圧潰するようにしている。即ち、加圧子5と台皿部1aとで測定試料を挟んで圧潰する一対の挟圧部材を構成している。取付板5aの下面における加圧子5の配設位置を外れた部分であつて、台皿部1aと対向する部分には副長セ

ンサ7aが取付けられている。測長センサ7aは測長器本体7bと共に加圧子5と台皿部1aとの間の寸法を測定するために設けたものであり、測長センサ7aは誘導コイル、検出コイルを内蔵し（両コイルを兼用するものも有る）、測長器本体7bから誘導コイルに与えられた高周波電流にて導電体よりなる台皿部1aに誘電流を生ぜしめ、この誘電流による磁界を検出コイルにて捉え、この測長センサ7aと台皿部1aとの離隔寸法によつて変化する電磁的現象を利用して上記離隔寸法を検出するようにしたものであり、斯かる測長センサ7a及び測長器本体7bからなる測長器それ自体は公知のものである。測長器本体7bは測長結果の表示部7c及び測長結果に応じたアナログ電気信号を出力する端子7dを備えており、この出力端子7dはエーエレコーダ4のE入力端子4aに接続されている。なお測長センサ7aの下端面は加圧子5の下端面よりも少し上方に位置せしめて、加圧子5と台皿部1aとが接触10を挟圧するのを妨げることがないようにしているが、

表示部7cの表示、出力端子7dの出力内容が加圧子5及び台皿部1a間の離隔寸法を表わすように、前記両下端面間の差を補償すべく測長器本体7bの零調整を施しておく。

6は図示しない支持手段にてその筒体6bを支持された気圧アクチュエータであつて筒体6b及びこれに同心的に遊嵌された駆動杆6aが鉛直姿勢をとり、駆動杆6aの筒体6b外に位置する下端部にスリーブ5cを取付けてある。筒体6bは駆動杆6aよりも十分太く筒体には圧気供給孔6cを有し、上端は通長に亘つて拡張した部分を有して閉塞され、また下端部も通長に亘つて拡張してあり、この拡張部の下端末には筒体内周縁と駆動杆6aの対向部とに亘つて筒体6b内を気密に封じるダイアフラム6dが介装されている。またこのように閉塞された筒体6b内に在る駆動杆6aの上端に近い位置と、これに対向する筒体の上部拡張部分の壁面との間にはダイアフラム6eが介装されているが、このダイアフラム6eには適所に小孔を開けてその上下の空間を連通させている。

斯かる構成により筒体6b内の気圧の増減によりダイアフラム6dの自由端（内周端）、従つてまた駆動杆6aを下方、上方へ変位させることになる。そしてダイアフラム6eは駆動杆6aを筒体6bと同心的に且つ垂直姿勢とすべく保持し、しかもその上下動を円滑に行わせる。

8は図示しない台上に設置された固定容器であり、上部には一端を圧気供給孔6cに連結し、中途に除濕器9を設けた連通管11の他端を開口させてある。またこの容器8にはその底部に近い位置に一端を開口させ、他端を容器上方にて開口させた管12を設けてあり、この容器8は連通管11、管12以外の部分を封じてある。13はプーリ14に巻回された吊糸15に吊垂された可動容器であり、その底部に下向きに形成したドレインと管12とを十分長いゴム管16にて連結してある。容器13の上部は開放されていて、ここから注入された水17が容器8、13の両底部を略々等高とした図示の状態で容器8の1/3程度を占め、また管12、ゴム管16内に満たされ、固定容器8と略

々等断面積でこれよりも長尺の可動容器13内において水面高さが固定容器8のそれと同様になるようにしてある。即ち管12及びゴム管16でサイホンが形成されている。なお容器8、13の底部を略等高とした図示の状態で容器8の上部空間、連通管11及び筒体6bの密封空間が大気圧となるように当初の連結を行えばよい。

プーリ14はモータ18の出力軸に固定されており、その正転で吊糸15を巻き上げ、逆転で吊糸15を繰り出し、これによつて可動容器13を昇降させ、固定容器8内の水位を昇降させることにより上記密封空間内の気圧を高低変化させてダイアフラム6dを変位させ、その結果駆動杆6a従つてまた加圧子5を台皿部1aに対して接近、離隔させる。18aはモータ18の制御ユニットであつて、モータ18の発停、正逆転制御の外、モータ18に連動連結したパルスジェネレータ（回転エンコーダ）の出力によるフィードバック制御を用いた調速制御を行うようにしてあり、それ自体は公知のものである。この調速制御により可動

容器13の上昇速度を変更すると加圧子5の下降速度(台皿部1aへの接近速度)が変じ、顆粒10を圧潰すべくこれを挟圧する際の加圧速度が変更されることになる。なお可動容器13はモータ18の支持脚を兼ねるように構成した複数の案内柱(図示せず)等により横ゆれなく昇降するよう構成するのがよい。

上述の各構成部材の具体的寸法、仕様は測定対象、目的に応じて適宜選択すればよいが、1mm以下の顆粒状薬剤の場合秤量器1としては1mg単位で20g迄の測定が可能なもの、測長センサ7a及び測長器本体7bよりなる測長器としては1/100mm単位で5mm迄の測定が可能なものを用い、また加圧子5の下端面の直径は約2mmとし、可動容器13を図示の位置とした場合(この状態で測定対象顆粒のセット或は圧潰済試料の除去が行われる)の加圧子5と台皿部1aとの離隔距離は10mm程度として操作を容易とし、更に加圧子5の駆動系、即ち気圧アクチュエータ6〜モータ18に至る間の仕様は加圧子5を0〜100mm/分程度の速度で下

降させ得る程度に選択するのが適当である。また加圧子5の上限位(可動容器13の下限位置)を図示の状態と定め、試料セット位置で加圧子5が自動停止するように、例えば可動容器13の昇降域にマイクロスイッチを設け、これを制御ユニット18aに組入れてモータ18の発停制御に関連させる構成とするのが便宜である。

叙上の如く構成された本発明装置は図示の試料セット位置にした上で台皿部1aの加圧子5の直下域に測定対象の顆粒10を載置し、制御ユニット18aの操作により所定速度でモータ18を正転させ、且つX-Yレコーダ4を起動すると共に、要すれば顕微鏡13にて顆粒10を観察する。

X-Yレコーダ4には顆粒10の圧潰状態に応じて例えば第2図に示す如きチャートが描かれることになる。即ち加圧子5が顆粒10に接触する迄はY出力、即ち加圧子-台皿部の離隔寸法は減じていく一方、X出力、即ち荷重は0であるが、接触と共にY出力の変化は微小となる反面X出力が増大し、1回目の圧潰でX出力の極大値を示し、

X出力が減じ、またY出力も離隔寸法減少方向へ変化するようになる。ところが圧潰によつて生成した小分粒体に再び荷重が加わることになり、これが圧潰するまでX出力が増大することになり2回目の圧潰時よりも大きな極大値を示す。この2回目の圧潰にて微粒体状になつた後はそれ以上の圧潰を生じることなくX出力、即ち荷重値がオーバースケールとなる。X-Yレコーダ4の監視によりオーバースケールとなつたところで或は顕微鏡観察により所定回数の圧潰を確認したところでモータ18を停止させればよい。なお硬度の評価は、1回目の圧潰時における荷重値(第1回目のピーク値)によるか、或は複数回(第2図の例では2回)の圧潰時における荷重値の平均によるか、更には異なる加圧速度についての圧潰荷重値の平均によるか等、測定対象、その評価の目的、或は従来の評価方法との対応づけ等に応じて行えばよい。

以上のように構成され、使用される本発明装置による場合は、従来は不可能であつた粒体の硬度を粒体個々に直接的に測定することが可能になる。

従つて結合剤、滑沢剤等を含む薬剤の硬度評価もその組成、配合等とは全く無関係に再現性よく硬度を測定することができる。

また本発明装置により加圧子の変位と荷重とをX-Yレコーダに記録させる場合は圧潰に到る過程も捉えることができる。

また実施例の如くダイアフラムを用いた気圧アクチュエータにより加圧子を作動せしめるべくなし、しかも容器13の昇降によつて気圧アクチュエータの内圧を変化させるべく構成したので徐々に、しかも無振動状態で粒体への印加荷重を増加させることができるから、測定対象個々の硬度のバラツキに荷重増加懸架のバラツキが重畳するようを慮れば皆無であり信頼性は極めて高い。

なお気圧アクチュエータとしては空気シリンダ式のものを利用してもよいことは勿論である。更に容器13の上昇速度に比して加圧子の下降速度をより小とする場合は第3図に示す如く筒体6'bの上端部に通気孔6'cを開設し、また駆動杆6'aの上端部近くに取付けるダイアフラム6'eは気密

再現性よく測定することを可能とし、本発明はこの種の測定技術に画期的貢献をなすものである。

#### 図面の簡単な説明

図面は本発明の実施例を示すものであって、第1図は本発明装置の全体的構成を略示する模式図、第2図は測定結果の一例を示すチャート、第3図は気圧アクチュエータの他の実施例を示す略示断面図である。

1…秤量器 1a…台皿部 1b…荷重計  
4…X-Yレコーダ 5…加圧子 6…気圧アクチュエータ  
7a…細長センサ 8,13…容器  
18…モータ

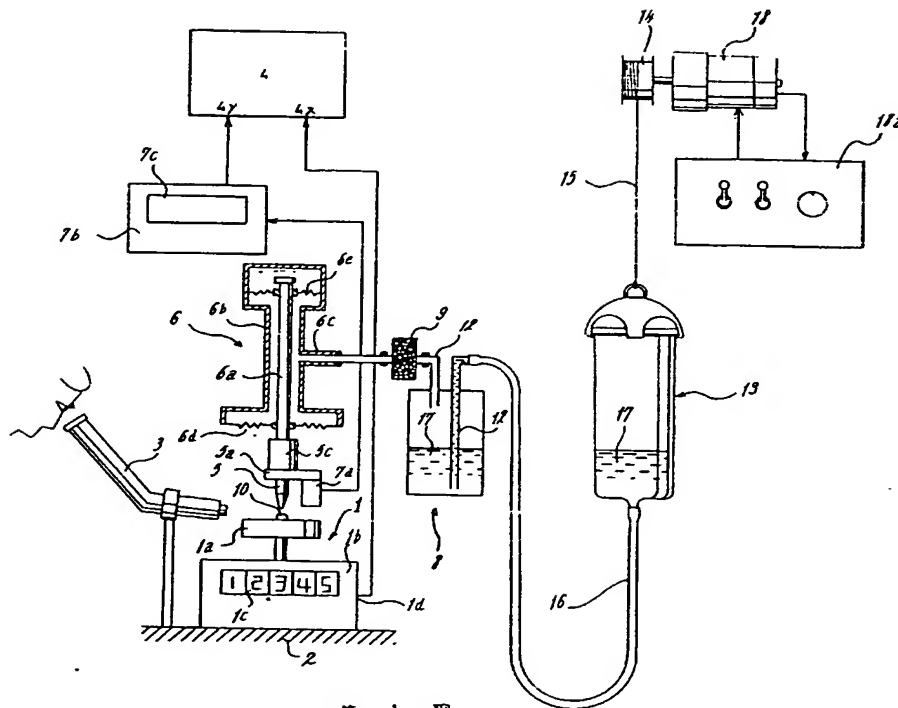
特許出願人 ロート製薬株式会社

代理人 弁護士 河野登夫

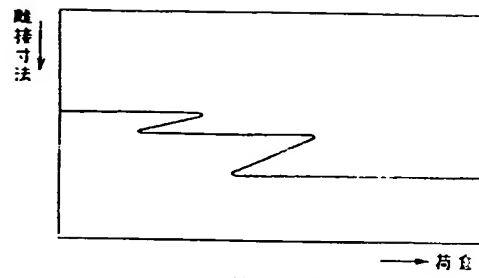
構造のものとして圧気供給孔6'eから与えられる圧気によつて上下のダイヤフラム6'd, 6'eによつて封じられた空間の内圧が上昇した場合における両ダイヤフラム6'd, 6'eの変位差(両者の面積差に依る)だけ駆動杆6'aを下降させるように構成すればよい。更に実施例の如く連通管11の中途に除湿器9を設ける場合はダイヤフラムその他気圧アクチュエータの防錆に有効であり、長期に亘る安定した使用が可能になる。なお容器8, 13に収容する液体は水に限らずシリコン油等でもよい。

なお用途上、圧気時の荷重ピーク値を知るのみでよい場合は荷重計としてピーク値保持可能なものを用い顕微鏡3の観察により圧気が認められた時点でモータを停止させ、荷重計の附前のピーク値を記録するような構成としても十分である。この場合には測長センサ等が不要であることは言うまでもない。

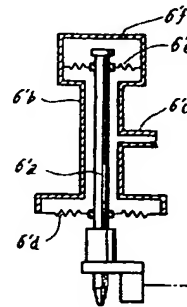
以上のように本発明は従来は測定不可能であつた顆粒状、細粒状の薬剤の個々の硬度を精度よく



第1図



第 2 図



第 3 図

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**